

Japanese Patent Publication No. 48-19295

(19) Japanese Patent Office

(11) Japanese Patent Publication No. 48-19295

(44) Date of Publication: June 12, 1973

Number of Invention: 1

(54) PROCESS FOR PRODUCING ACRYLAMIDE DERIVATIVE

(21) Japanese Patent Application No. 45-86209

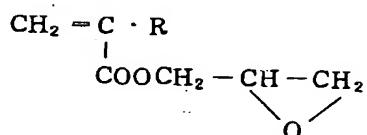
(22) Date of Application: September 30, 1970

(72) Inventor: Toshio NAKANISHI

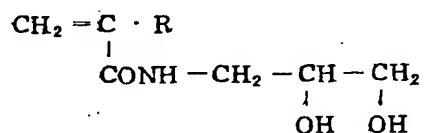
(71) Applicant: Matsushita Electric Works, Ltd.

(57) Claims for the Patent

1. A process for producing an acrylamide derivative represented by the general formula:



characterized in that the process comprises reacting an unsaturated carboxylic acid glycidyl ester represented by the general formula:



with ammonia, wherein R is -H, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇ or -C₄H₉.

⑤ Int. Cl. ⑥ 日本分類
C 07 c 103/60 16 B 631.1

⑨ 日本国特許庁

⑪ 特許出願公告

昭48-19295

特許公報

⑫ publication date of the patent:

⑬ 公告 昭和48年(1973)6月12日 June 12, 1973

発明の数 1

(全3頁)

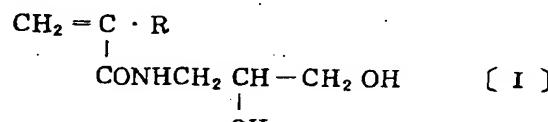
1

2

④ アクリルアミド誘導体の製法

*導体を製造する方法に関する。

⑪ 特願 昭45-86209
⑫ 出願 昭45(1970)9月30日
⑬ 発明者 中西俊雄
門真市大字門真1048松下電工
株式会社内
⑭ 出願人 松下電工株式会社
門真市大字門真1048
⑮ 代理人 弁理士 竹本敏丸



5

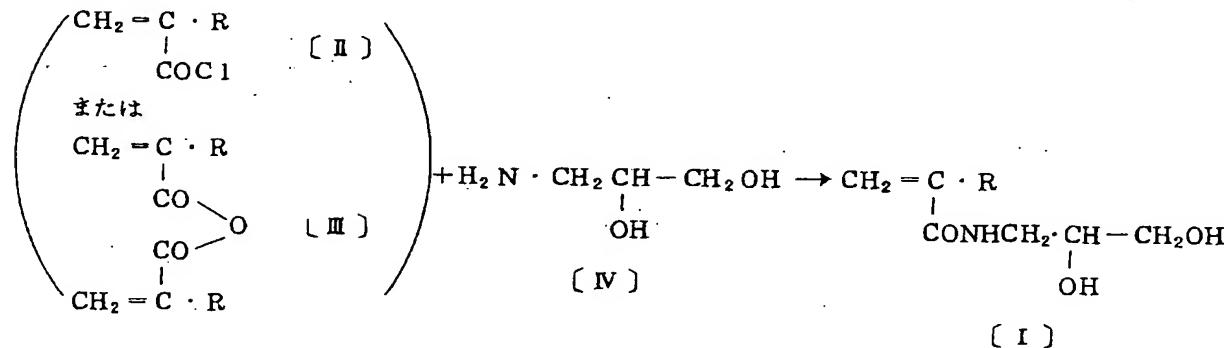
OH

(ここにおいてRは-H, -CH₃, -C₂H₅,
-C₃H₇, -C₄H₉, $\text{--}\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{--}\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}$ であ
る)

10

発明の詳細な説明

本発明はアクリル酸または α -置換アクリル酸のグリシジルエステルとアンモニアの反応によつてつぎの一般式[I]のようなアクリルアミド誘導体が得られている。

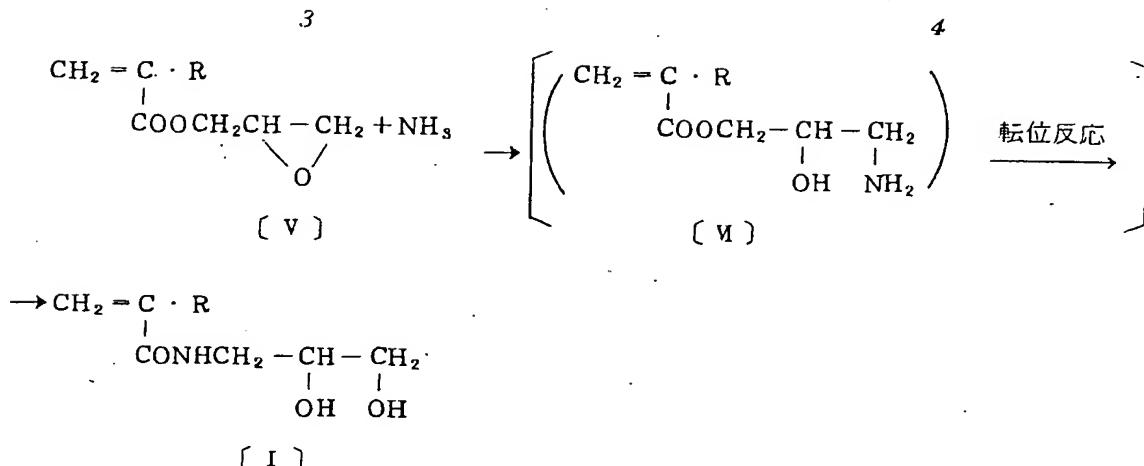


しかし酸クロリドもしくは酸無水物の製造はコストが高く、また生成物は不純物(副反応による)を多く含むものしか得られず、その精製も難かしいものであった。

本発明は何ら難しい操作を要せず、極めて容

易に好収率で高純度のアクリルアミド誘導体が得られる新規な合成法を提供するものである。

以下本発明をさらに詳しく説明する。本発明の方法における反応はつぎのような反応式でその要点を示すことができる。



(ただし Rは $-\text{H}$, $-\text{CH}_3$, $-\text{C}_2\text{H}_5$, $-\text{C}_3\text{H}_7$,
 $-\text{C}_4\text{H}_9$, , , $-\text{Cl}$ である)

すなわち、グリシジルアクリレート又は α -置換グリシジルアクリレート[V]とアンモニアを反応させた場合、直ちにアクリルアミド誘導体[I]が得られるが、この反応の中間体として[VI]が生成し、直ちにある種の転位反応もしくは交換反応を起しているものと推考される。いずれにせよ本反応により直ちにアクリルアミド誘導体[I]が容易にかつ収率よく得られるのである。また室温においても容易に反応は進行し、厳密な温度コントロールも必要としない。

反応条件につきさらに詳しく説明すると、不飽和カルボン酸のグリシジルエステル 1.0 モルに対し、反応させるアンモニアは 1.0 モル以上、好ましくは 1.5 モル以上用いる。この反応は溶媒中で行う場合、溶媒としてはアセトン、メチルエチルケトン、エタノール、メタノール、ジメチルアセトアミド、ジオキサン、テトラヒドロフランなどグリシジルエステルを溶解し、しかも水に溶解するものが用いられる。

特に好ましいものとしてはアセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、ジオキサン、テトラヒドロフランなどの環状エーテル類である。

反応の際、最初は不均一系である場合もあるが(溶媒量によつては二相に分離することがある)反応の進行と共に均一な系となり透明な溶液となる。

溶媒量は不飽和カルボン酸のグリシジルエステルと同量またはそれ以上が望ましい。

反応物、溶媒を反応容器にとり、室温で攪拌す

ると発熱を伴つて反応が進行する。反応終了後、過剰のアンモニア、溶媒、水を減圧下で除去する15と粘稠な液体が得られる。もし加熱下で溶媒等を除去するときは重合などの副反応が起らぬよう注意する必要がある。したがつて必要な場合は重合禁止剤を加えて操作する。ここに得られた粘稠な液体は粗製のアクリルアミド誘導体[I]である。20以後は常法に従つて精製すれば純品はたやすく得られる。

以上のようにして得られるアクリルアミド誘導体は重合させて水溶性高分子としたり、塗料、せんいの改質剤、接着剤、紙、土じよう改良剤など25への広い用途に供することができる。

以下実施例を述べる。

実施例 1

グリシジルメタクレート	100 重量部
アンモニア (28% 溶液)	220 "
エタノール	100 "

上記配合で室温下で 15 時間反応を行つた。反応終了後減圧下で未反応のアンモニア、エタノール、水を除去し粘稠な液体を得た。減圧下(1~2 mmHg)で 60~65°Cまで加熱蒸溜し、目的物とする N(2·3ジヒドロキシプロピル)メタアクリルアミドを得た。元素分析値はつきの通りであつた。

	N%	C%	H%
計算値	8.80	52.8	8.24
実測値	8.60	51.9	8.37

以下の方法により目的物が生成していることを確認した。

(1) アルコールの定量

分子量測定とエステル化法によるアルコールの

定量により2価のアルコールであることを確認した。

(2) アミンの定量

生成物の水溶液は中性であり、 $-NH_2$ は定量されなかつた。

(3) 赤外線吸収スペクトル

3300cm^{-1} の $\sim OH$ 基の伸縮振動による吸収、 1050cm^{-1} (第1アルコール)、 1100cm^{-1} (第2アルコール) の $-C-O-$ の伸縮振動による吸収が存在することによりアルコールであることを確認した。また、第2アミド ($-CONH-$) の吸収として 1660cm^{-1} (アミドI吸収) および 1540cm^{-1} (アミドII吸収) が存在した。さらに 1730cm^{-1} のエステルの吸収は消失していた。以上のことより目的物の生成が確認された。

実施例 2

グリシジルメタクリレート	250 重量部
アンモニア(28%)	400 "
アセトン	230 "

上記割合で室温下で12時間反応させた。減圧下($1 \sim 2\text{mmHg}$)で $90 \sim 95^\circ\text{C}$ まで加熱して蒸溜してN(2・3ジヒドロキシプロピル)メタクリルアミドを得た。元素分析の結果は下記の通りである。

	N%	C%	H%
計算値	8.80	52.8	8.24
実測値	8.84	51.6	8.31

実施例1と同様の方法により目的物の生成を確認した。

実施例 3

グリシジルアクリレート	100 重量部
アンモニア(28%)	210 "
ジオキサン	110 "

上記配合で24時間、室温下で反応させた。反応終了後減圧下 $80 \sim 85^\circ\text{C}$ でアンモニア、ジオキサン、水を除去して目的とするN(2・3ジヒドロキシプロピル)アクリルアミドを得た。元素

分析値はつきの通りであつた。

	N%	C%	H%
計算値	9.66	49.7	7.59
実測値	9.61	49.0	7.54

5 実施例1と同様の方法により目的物の生成を確認した。

実施例 4

グリシジルアクリレート	100 重量部
アンモニア(28%)	230 "
テトラヒドロフラン	120 "

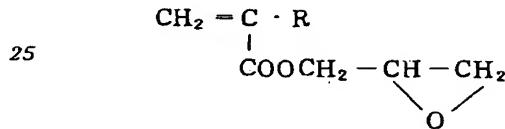
上記配合で、室温下で36時間反応させた。反応後減圧下($1 \sim 2\text{mmHg}$)で $80 \sim 85^\circ\text{C}$ まで加熱して蒸溜して目的とするN(2・3ジヒドロキシ・プロピル)アクリルアミドを得た。得られたもの元素分析値はつきの通りであつた。

	N%	C%	H%
計算値	9.66	49.7	7.59
実測値	9.51	48.1	7.56

実施例1と同様の方法により目的物の生成を確認した。

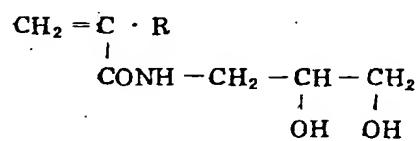
⑤特許請求の範囲

1 一般式



で示される不飽和カルボン酸グリシジルエステルとアンモニアを反応させることを特徴とする一般

30式



で表わされるアクリルアミド誘導体の製法。
(ただしRは $-H$, $-CH_3$, $-C_2H_5$, $-C_3H_7$, $-C_4H_9$ である)